

de180668/pn

L1 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2007 ACS on STN
ACCESSION NUMBER: 1907:6937 CAPLUS
DOCUMENT NUMBER: 1:6937
ORIGINAL REFERENCE NO.: 1:1655c
ENTRY DATE: Entered STN: 16 Dec 2001
TITLE: Monochlorhydrin from glycerol.
PATENT ASSIGNEE(S): Deutsche Sprengstoff AG
DOCUMENT TYPE: Patent
LANGUAGE: Unavailable
CLASSIFICATION: 10 (Organic Chemistry)
FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1
PATENT INFORMATION:

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
DE 180668	-----	19060121	DE	-----

<--

ABSTRACT:

Process of manufacturing monochlorhydrin from glycerol, consisting in heating glycerol with ordinary aqueous hydrochloric acid of sp. gr. 1.185, in an autoclave for 15 hours at 120.degree., and about 1 atmosphere, the product containing about 75% monochlorhydrin and 25% unaltered glycerol, the monochlorhydrin being obtained by fractionating in vacuo.



KAISERLICHES



PATENTAMT.

PATENTSCHRIFT

— Nr. 180668 —

KLASSE 12 o. GRUPPE 5.

AUSGEGEBEN DEN 29 JANUAR 1907.

DEUTSCHE SPRENGSTOFF-ACTIEN-GESELLSCHAFT
IN HAMBURG.

Verfahren zur Herstellung von Monochlorhydrin aus Glycerin.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 21. Januar 1906 ab.

Es wurde gefunden, daß sich Monochlorhydrin in technischfabrikatorischer Darstellung einfacher und wirtschaftlicher als bisher erhalten läßt, wenn man Glycerin mit gewöhnlicher, wässriger Salzsäure, spezifisches Gewicht 1,185, im Autoklaven während 15 Stunden auf 120° C. erhitzt. Der durch die wässrige Salzsäure eingeführte Wassersatz verhindert die Bildung von Dichlorhydrin vollkommen, während andererseits der Druck von etwa 1 Atm. genügt, um die Reaktion im gewünschten Sinne in sehr guter Ausbeute durchzuführen.

Nach dem Abtreiben des Wassers und der überschüssigen Salzsäure verbleibt ein Gemenge von etwa 75 Prozent Monochlorhydrin und 25 Prozent unverändertem Glycerin, aus welchem das Monochlorhydrin durch fraktionierte Destillation im Vakuum gewonnen werden kann. Das Gemenge von Monochlorhydrin und Glycerin kann, falls es zu Sprengstoffzwecken verwendet werden soll, ohne weitere Vorbehandlung nitriert und in ähnlicher Weise stabilisiert werden wie Nitroglycerin.

Beispiel: 100 kg Dynamitglycerin werden

bei gewöhnlicher Temperatur mit 150 kg wässriger Salzsäure, spezifisches Gewicht 1,180 bis 1,190, gemischt und dann während 15 Stunden im Autoklaven auf 120° C., d. h. unter 1 Atm. Druck, erhitzt. Wird das hierdurch erhaltene Chlorierungsgut der fraktionierten Destillation im Vakuum (12 bis 15 mm Druck) unterworfen, so entweicht zuerst das Wasser und zugleich mit diesem die unverbrauchte Säure. Hierauf destilliert das Monochlorhydrin zwischen 130 bis 150° C. und zum Schluß zwischen 165 und 180° das unveränderte Glycerin.

Diese letzte Destillation kann unterbleiben, falls das Chlorierungsprodukt zu Sprengstoffzwecken Verwendung finden soll.

PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Monochlorhydrin aus Glycerin durch Einwirkung von Salzsäure, dadurch gekennzeichnet, daß das Glycerin bei gewöhnlicher Temperatur mit wässriger Salzsäure gemischt und im Autoklaven während längerer Zeit auf eine Temperatur von 105 bis 140° unter Druck erhitzt wird.